

Oral presentation | 6 Thin Films and Surfaces : 6.6 Probe Microscopy

📅 Wed. Sep 18, 2024 9:00 AM - 11:30 AM JST | Wed. Sep 18, 2024 12:00 AM - 2:30 AM UTC 🏛️ B4
(Exhibition Hall B)

[18a-B4-1~10] 6.6 Probe Microscopy

Kei Kobayashi(Kyoto Univ.), Jo Onoda(福岡教育大)

9:00 AM - 9:15 AM JST | 12:00 AM - 12:15 AM UTC

[18a-B4-1]

AFM observation of spin-induced lattice distortion in O₂ monolayerMitsuo Kimura¹, Yuji Kunisada², Yoshiaki Sugimoto¹ (1.Univ. Tokyo, 2.Hokkaido Univ.)

9:15 AM - 9:30 AM JST | 12:15 AM - 12:30 AM UTC

[18a-B4-2]

Time evolution for energy dissipation in dynamic atomic force microscope

○Tomohiro Shigeno¹, Yuuki Yasui¹, Yoshiaki Sugimoto¹ (1.Univ. Tokyo)

9:30 AM - 9:45 AM JST | 12:30 AM - 12:45 AM UTC

[18a-B4-3]

Visualization of the local dipole moment at the Si(111)-(7x7) surface using DFT calculations

○Akira Sumiyoshi¹, Kohei Yamasue², Yasuo Cho², Jun Nakamura¹ (1.UEC-Tokyo, 2.Tohoku Univ.)

9:45 AM - 10:00 AM JST | 12:45 AM - 1:00 AM UTC

[18a-B4-4]

Investigation of Si(111) by Hybrid-KPFM

○Sota Odani¹, Yasuhiro Sugawara¹, Li Yanjun¹ (1.Osaka Univ.)

10:00 AM - 10:15 AM JST | 1:00 AM - 1:15 AM UTC

[18a-B4-5]

3D Calculation of Field-Enhancement Characteristics of Semi-Indirect Illumination TERS Probes

○Masanao Ito¹, Kaifeng Zhang², Kei Kobayashi¹ (1.Kyoto Univ., 2.Hitachi Ltd.)

10:15 AM - 10:30 AM JST | 1:15 AM - 1:30 AM UTC

[18a-B4-6]

Fabrication of probes for non-gap mode tip-enhanced Raman spectroscopy using FIB

○Kazunori Hirose¹, Kaifeng Zhang², Masanori Hara¹, Masamichi Yoshimura¹ (1.Toyota Tech. Inst., 2.Hitachi, Ltd.)

10:30 AM - 10:45 AM JST | 1:30 AM - 1:45 AM UTC

[18a-B4-7]

Considering a suitable bias voltage in scanning ion conductance microscopy

○Shoma Kamei¹, Shinji Watanabe² (1.NanoLSI, Kanazawa Univ., 2.WPI-NanoLSI, Kanazawa Univ.)

10:45 AM - 11:00 AM JST | 1:45 AM - 2:00 AM UTC

[18a-B4-8]

Improvement response characteristics of bias modulation mode scanning ion conductance microscopy with capacitance compensation pipette

○Hitoshi Inomata¹, Kenta Nakazawa¹, Toshi Nagata², Hideya Kawasaki², Osamu Hoshi³, Futoshi Iwata¹ (1.Shizuoka Univ., 2.Hamamatsu Univ. School of Medicine, 3.Tokyo Medical and Dental

Univ.)

11:00 AM - 11:15 AM JST | 2:00 AM - 2:15 AM UTC

[18a-B4-9]

Considering an Automated Method to Adjust Feedforward Controller Parameters in Scanning System

○Kazuki Miyashita¹, Shinji Watanabe² (1.Grad.Sch.Math.&Phys.,Kanazawa Univ, 2.WPI-NanoLSI, Kanazawa Univ.)

11:15 AM - 11:30 AM JST | 2:15 AM - 2:30 AM UTC

[18a-B4-10]

Data Processing Method for High-Speed Three-dimensional Scanning Force Microscopy

○Ryoshu Higashi¹, Yoichi Kumagai¹, Masayoshi Okamoto¹, Takeshi Fukuma¹, Kazuki Miyata^{1,2} (1.Kanazawa Univ., 2.PRESTO/JST)

O₂ 単層膜のスピンに由来した格子歪みの AFM 観察

AFM observation of spin-induced lattice distortion in O₂ monolayer

東大新領域¹ 北大院工² 木村 光男¹、國貞 雄治²、[○]杉本 宜昭¹

Univ. of Tokyo¹, Hokkaido Univ.² Mitsuo Kimura¹, Yuji Kunisda², [○]Yoshiaki Sugimoto¹

E-mail: ysugimoto@k.u-tokyo.ac.jp

スピン軌道相互作用に起源をもつ複雑な磁気構造の発現や微小な磁気デバイスの発展により、実空間で個々のスピンを可視化する技術の必要性がますます重要となってきた。それを可能にする技術として、スピン偏極 STM や交換力顕微鏡が発展してきた。

今回、スピン誘起の格子歪みを可視化するという別のアプローチにより、局所的な磁気構造を明らかにできることを実証した。低次元スピン系として興味もたれる酸素分子の単層膜を検証に用いた。酸素分子はスピン 1 をもち、酸素分子同士は反強磁性的に相互作用する[1]。微小な格子歪みは分子修飾探針を用いた非接触 AFM によって精密計測した[2]。

低温強磁場非接触 AFM を用いて実験を行った[3]。酸素分子を Ag(111)表面に物理吸着させると、磁気構造と相関する三角格子を形成した。12±3 K において相転移が確認でき、高温側では正三角形の格子となり低温側では反強磁性転移に伴い格子が二等辺三角形に歪んだ。高温側の格子定数は先行研究の LEED の結果と一致した[4]。第一原理計算によって、基板から酸素分子の電荷移動が起こることが確かめられた。この電荷移動によって酸素分子の磁気モーメントが 10%小さくなることがわかった。このスピン収縮を加味したモンテカルロシミュレーションにより、実験で得られた格子形状を再現することができた。さらに、実空間観察の特長を活かして、ドメイン境界を含む磁気構造の情報を得ることができた。120 度と 60 度の反強磁性ドメイン境界が確認でき、共に磁壁が極限的に狭いことを明らかにした。本手法により、He の単層膜や磁性分子性結晶における磁気構造を明らかにできる可能性がある。

[1] Yu. A. Freiman, and H.J. Jodl, Phys. Rep. 401, 1 (2004).

[2] M. Kimura, and Y. Sugimoto, Phys. Rev. B 106, 115432 (2022).

[3] Y. Sugimoto, and J. Onoda, Appl. Phys. Lett. 115, 173104 (2019).

[4] M. Kimura, and Y. Sugimoto, Phys. Rev. B 84, 064128 (2011).

動的原子間力顕微鏡におけるエネルギー散逸の時間発展

Time evolution of energy dissipation in dynamic atomic force microscope

東大新領域

○重野 智宏, 安井 勇気, 杉本 宜昭

GSFS, Univ. Tokyo

○Tomohiro Shigeno, Yuuki Yasui, Yoshiaki Sugimoto

E-mail: tomo2001hiro@g.ecc.u-tokyo.ac.jp

走査型プローブ顕微鏡技術による表面原子の操作で、原子レベルでのボトムアップテクノロジーが確立されてきた[1, 2]。原子間力顕微鏡(AFM)を用いることにより、原子操作の際に必要な力の定量計測も可能となっている。このような計測は、カンチレバーを共振周波数近傍で振動させる、動的 AFM が用いられている。動的 AFM の一種である周波数変調法(FM)では、探針の振動を維持するために外部から供給するエネルギーから、探針-試料間相互作用によるエネルギー散逸も定量計測することができる。原子操作では、操作の前後で試料の状態が変化するため、エネルギー散逸を伴うはずである。そのため、FM-AFM を用いることで、原子操作に要する散逸の定量計測も可能であるように思える。しかし、この定量測定は未だ報告されていない。なぜなら、エネルギー散逸の計測は、カンチレバーの振動の毎周期で変化が生じることを前提としており、原子操作のようにカンチレバーの振動における一瞬のみ発生する現象を取り扱うことが困難だからである[3, 4]。

そこで我々は、動的 AFM を想定した状況において、表面原子の時間発展を記述するモデルの定式化を行った。探針-試料間に働く相互作用にはモース型ポテンシャルを仮定し、カンチレバーの振動周期に応じたポテンシャルの変化を考慮に入れて、2 状態間での遷移を求めた。2 状態として、原子操作の初期状態と終状態を選ぶことで、カンチレバーの振動下で原子の移動がどのような過程で生じるかをシミュレートしている。さらに、この過程におけるエネルギー散逸の見積もりを行ったので、この結果について報告する。

[1] D. M. Eigler and E. K. Schweizer, *Nature* **344**, 524 (1990).

[2] Y. Sugimoto *et al.*, *Nat. Mater.* **4**, 156 (2005).

[3] L. N. Kantorovich and T. Trevethan, *Phys. Rev. Lett.* **93**, 236102 (2004).

[4] T. Trevethan *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **98**, 028101 (2007).

第一原理計算を用いた Si (111)-(7x7) 表面における表面双極子の可視化 Visualization of the local dipole moment at the Si(111)-(7x7) surface using DFT calculations

電通大¹, 東北大², [○](M2)住吉 晶¹, 山末 耕平², 長 康雄², 中村 淳¹

Univ. of Electro-Communications¹, Tohoku Univ.²

[○]Akira Sumiyoshi¹, Kohei Yamasue², Yasuo Cho², Jun Nakamura¹

E-mail: jun.nakamura@uec.ac.jp

物質表面の分極状態を知ることは表面における様々な反応を理解したり、デバイスの開発、評価の際に重要な基礎的知見を与える。近年、SNDM (Scanning Non-linear Dielectric Microscope) と呼ばれる顕微鏡を用いて表面分極の空間分布が観察された^[1-3]。表面顕微鏡の解釈には理論的なシミュレーションが不可欠である場合が多いが、局所分極分布を理論計算から求めた例は今までにほとんど報告されていない。今回我々は双極子モーメントに注目し、理論計算による表面双極子モーメントの空間分布可視化手法を開発した。前回の会議では、Si (111)-(7x7) DAS 表面の特徴的構造である Adatom と Restatom を持つ Si (111)-(2x2) 構造を対象として、表面双極子の空間分布を理論計算により求めるとともに、その双極子の起源を表面安定化機構を報告した。本報告では Si (111)-(7x7) DAS 構造に対する理論計算による表面双極子モーメントの空間分布を報告する。

式(1)は本研究で用いた双極子モーメントの定義を示す。 μ は座標 (x, y) における局所双極子モーメント、 ρ は全電荷密度、 z_0 は表面垂直方向の原点である。スラブモデル裏面の影響を除去するため、原点をバルクモデル中央付近に設定し、積分範囲を表面近傍に限定した。全電荷密度の算出には密度汎関数理論に基づく第一原理計算を用いた。

$$\mu(x, y) = \int \rho(x, y, z') \cdot (z' - z_0) dz' \dots (1)$$

Fig. 1 は前回報告した Si (111)-(2x2) 構造における表面双極子モーメントの面内分布を示す。

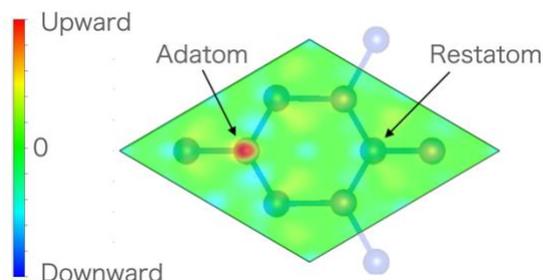


Fig.1. Distribution of Si(111)-(2x2) surface dipole moment

Adatom 近傍では上向きの表面双極子モーメントが発生していることが分かる。これは Adatom から Restatom への電荷移動によるダングリングボンドの消失とも矛盾がない。一方、Restatom 部分では Si のイオン殻のまわりに等方的に電子が分布するため局所的な双極子モーメントは消失している。これは最適化後の Restatom が初期構造であるバルク位置に比べて持ち上がったことにより、Restatom の表面軌道の軌道電気陰性度が増加^[4-5]したためである。

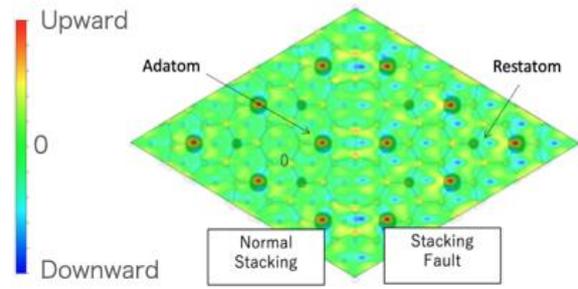


Fig.2. Distribution of Si(111)-(7x7)DAS surface dipole moment

Fig. 2 は今回報告する、Si (111)-(7x7) DAS 構造における表面双極子モーメントの面内分布を示す。Si (111)-(2x2) 構造における分布と同様に、Adatom では上向きの表面双極子モーメントが発生している。また Restatom においても Si (111)-(2x2) 構造での面内分布と同じように、局所的な双極子モーメントが消失しているのが確認できる。実際の Si (111)-(7x7) DAS 構造表面の SNDM 測定^[1-2]では表面上向き双極子モーメントの輝点が観測されているが、それは表面電荷移動によって生じた Adatom に由来するものと予測される。

[1] Yasuo Cho *et al.*, Phys. Rev. Lett. **99**, 186101(2007)

[2] Kohei Yamasue *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 121601(2014)

[3] Yasuo Cho, Scanning Nonlinear Dielectric Microscopy, Wood. Pub. (2020)

[4] Jun Nakamura *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **66**, 1656(1997)

[5] Akihiro Ohtake, Jun Nakamura *et al.*, Phys. Rev. B **64**, 045318(2001)

Hybrid-KPFM による Si (111) 表面上の観察

Investigation of Si(111) by Hybrid-KPFM

阪大院工[○](M2)尾谷 颯太, 菅原 康弘, 李 艶君Graduate School of Engineering, Osaka Univ.,[○]Sota Odani, Yasuhiro Sugawara, Yanjun Li

E-mail: sotasota0507@ap.eng.osaka-u.ac.jp

Hybrid-AFM は周波数変調方式(FM-AFM)と振幅一定モードの位相変調方式(CA-PM-AFM)を組み合わせた AFM である。FM-AFM は超高真空下といった Q 値が非常に高くなる環境において高い空間分解能で観測することが可能である。しかし、位相フィードバックなどの自励起発振回路によって過渡応答性を表す時定数 τ_{FM} は計算で得られる $1/f_0$ よりも大きくなり、これは帯域幅が 1 kHz 以下の場合に顕著である。これによって、画像取得速度が予想されたものより遅くなる。また、PM-AFM には周波数シフトにおいて $|\Delta f| < f_0/2Q$ といった制限を満たしていなければならないが、Q 値が非常に高い超高真空下だとこの条件を達成することは容易ではない。このような問題点を解決するために当研究室は過去に Hybrid-AFM を提案した[1]。

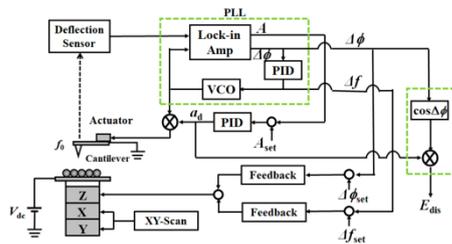


図 1 Hybrid-AFM の回路図

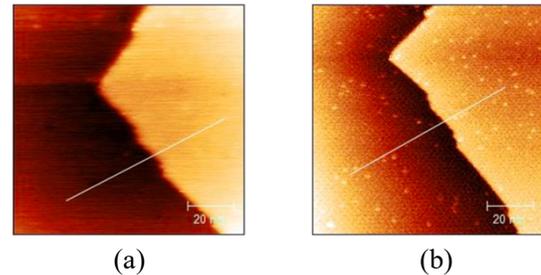


図 2 Si(111)のステップ構造図 (a)FM-AFM (b)Hybrid-AFM

図 1 は Hybrid-AFM の回路図である。この方式ではスキャンにおいて支配的な探針-試料間の相互作用力を位相変調方式で測定し、周波数変調方式を弱いフィードバック条件で使用して周波数シフトの制限を排除している。図 2 はそれぞれ FM-AFM と Hybrid-AFM で取得した Si(111)のステップ構造の図である。この 2 つの図の画像取得時間は 720min/frame であり、Hybrid 方式の位相シフト $\Delta\phi$ のフィードバックの比例ゲインは 150pm/deg である。それぞれの画像を比較したとき、FM 方式では左側のテラス全体が暗くなっており、ステップ付近はぼやけているように見える。その一方で、Hybrid 方式で観察したものは、テラスのコントラストもはっきりしており、ステップもより鮮明に確認することができる。この結果より、Hybrid-AFM は従来の FM-AFM および PM-AFM 以上の時間分解能を達成したと考える。本学会ではこれを KPFM に応用した結果を発表する。

[1] T. Yamamoto, M.Miyazaki, H.Nomura, Y.J.Li, Y.Sugawara, Microscopy 00,1-7(2022)

準間接照射探針増強ラマン分光用プローブにおける 電界増強特性の三次元計算

3D Calculation of Field-Enhancement Characteristics of Semi-Indirect Illumination TERS Probes

京大院工¹, 日立研開² ◯伊藤 正尚¹, 張 開鋒², 小林 圭¹

Dept. of Electronic Sci. & Eng., Kyoto Univ.¹, Research & Development Group, Hitachi Ltd.²,

◯Masanao Ito¹, Kaifeng Zhang², Kei Kobayashi¹

E-mail: m.ito@piezo.kuee.kyoto-u.ac.jp

原子間力顕微鏡(atomic force microscopy: AFM)とラマン分光法とを組み合わせた探針増強ラマン分光法(tip-enhanced Raman spectroscopy: TERS)は、試料の表面形状等の物理特性と同時にラマンスペクトルの局所的な分布を多環境で計測できる技術である。われわれはこれまでに薄膜導波路を有する間接照射 TERS 用のプローブを開発し、TERS 計測における背景散乱光の低減に成功した[1]。この導波路プローブは、大気中においてカンチレバー背面の方向に対してほぼ垂直な特定の角度から励起光を照射した場合に最も高い電界増強効果を得ることができる。ところが、入射角にずれが生じた場合、この電界増強効果は急激に減衰してしまう。このため、導波路プローブを用いた間接照射では導波路部に高い加工精度が求められ、また、液中計測時などレーザー光路媒質の屈折率が異なる場合は、大気中測定時とは別の角度から励起光を入射する必要がある。このような課題に対して、われわれは励起光を試料面に対して仰角 40 度の向きといったプローブ前方から探針先端付近へ入射する手法(準間接照射)を提案し、TERS スペクトルの取得に成功した[2]。

しかしながら、準間接照射における電界増強特性は未検討だった。そこで、図 1 のような三次元モデルを用いて有限要素法により電界増強度の計算を行った。励起光の電界増強度と試料からの散乱光の電界増強度を別々に計算し、複数の条件でラマン散乱光強度分布(図 2)を評価した。その結果、準間接照射においては、直接照射の場合と同様のメカニズムで電界増強が生じることが分かった。また、検出されるラマン散乱光強度が最大となる励起光照射位置において、背景散乱光による影響を最も抑えられると結論付けた。

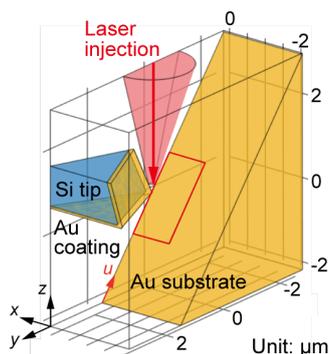


Fig. 1: Electromagnetic simulation model for field enhancement characteristics.

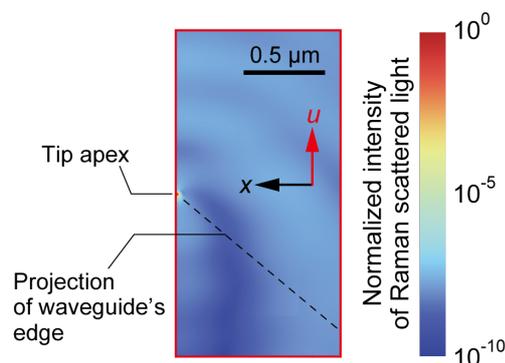


Fig. 2: Normalized Raman scattered light intensity map of the surface between the probe end and the sample surface.

[1] K. Zhang et al., *Anal. Chem.* **93**, 7699 (2021).

[2] 郎 他, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会, 22p-A307-8 (2023).

FIB を用いたノンギャップモード TERS 探針の作製

Fabrication of probes for non-gap mode tip-enhanced Raman spectroscopy using FIB

豊田工大¹, 日立製作所² ◯(M2) 廣澤和典¹, 張開鋒², 原正則¹, 吉村雅満¹

Toyota Technological Institute.¹, Hitachi, Ltd.², ◯Kazunori Hirosawa¹, Kaifeng Zhang²,

Masanori Hara¹ and Masamichi Yoshimura¹

E-mail: sd23435@toyota-ti.ac.jp

機能性材料やデバイスの開発においては、サブミクロンやナノメートルレベルでの組成分析や不純物の同定など、非破壊かつ高分解能での構造評価が強く望まれている。原子間力顕微鏡 (AFM) とラマン分光法を組み合わせた探針増強ラマン分光法 (TERS) は、表面の形態と、結合の種類や欠陥の有無といった化学的情報を同時に取得することができる[1]。しかし、従来のギャップモード TERS では測定試料を金基板上に配置する必要があるため、試料厚さの制約を取り除き、二次元材料の正確な測定を行うため、基板選択性のないノンギャップモードでも対応可能な高感度 TERS 用探針の開発が求められている[2]。本研究では、銀と金を合金化した探針を作製したのち、収束イオンビーム(FIB)を用いて探針先端を加工することにより SiO₂ 基板上的試料やバルク試料で増強効果が得られる探針の開発に成功した。

スピコート法により酸化グラフェン(GO)単層膜を SiO₂ 基板上に作製し、AFM-TERS 装置 (AIST-NT + HORIBA XploRa Plus)を用いて測定を行った。

探針の作製は、Si カンチレバー (OLYMPUS OMCL-160TN-R3) を 1000°C で 8 時間加熱し、100 nm の SiO₂ 膜を形成した後、100 nm の銀をスパッタ蒸着し、HAuCl₄ 溶液に浸漬して金と銀の合金を形成した。その後、集束イオンビーム (FIB) を用いて Fig.1 (a) のように探針の先端部を加工した。この探針を用いて GO 単層膜のマッピングを行った。Fig.1 (b) に AFM の Height 像、Fig.1 (c) に D ピークのマッピング像を示す。マッピングから得られた D ピーク強度から、GO 端部を用いてこの探針の空間分解能は 25.0 nm であることが分かり、ノンギャップモードでのピークの増強が確認された。

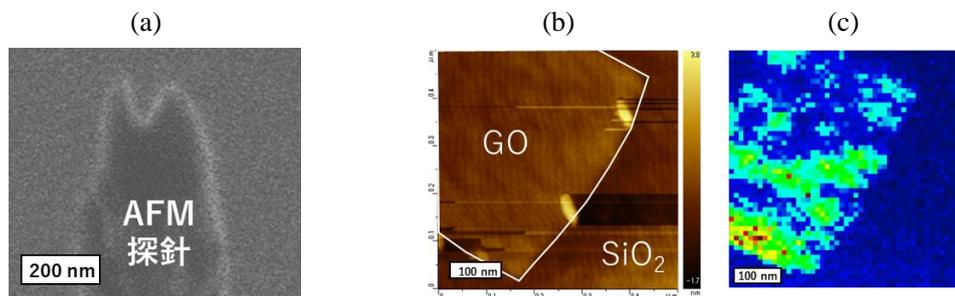


Fig.1 (a): SIM image of TERS tip after FIB processing (b): AFM image of GO monolayer (c) TERS mapping of D peak

参考文献:

[1] Y. Cao, *et al.*, *Rev. Phys.*, 2022, **8**, 2405-4238.

[2] W. Su, *et al.*, *Chem. Commun.*, 2016, **53**, 8227-8230.

SICM 計測における適正バイアス電圧値の検討

Considering a suitable bias voltage in scanning ion conductance microscopy

金沢大院・ナノ生命¹, 金沢大・WPI-NanoLSI² ○(M2)亀井 翔天¹, 渡辺 信嗣²Grad. Sch. NanoLS. Kanazawa Univ.¹, WPI-NanoLSI, Kanazawa Univ.²,Shoma Kamei¹, Shinji Watanabe²

E-mail: snake20010218@stu.kanazawa-u.ac.jp

走査型イオン伝導顕微鏡 (SICM) は、ナノピペット探針と試料表面間距離に依存する微小なイオン電流変化をフィードバック信号として表面をイメージングする走査型プローブ顕微鏡である。液中で探針が試料に触れることなくイメージングできるため、生細胞といった脆弱な生物試料の観察に用いられる。細胞表面の動態を捉えたいという要求から、時間分解能の向上が SICM では絶えず望まれている。現状では、微小イオン電流変化を検出する信号雑音比 (SNR) が SICM の時間分解能を制限している。このため、我々はこれまでに、微小電流増幅器の性能の向上や探針の静電容量を減少させることで、SICM の電流計測系の高周波ノイズを抑制し、SNR 改善を行ってきた。これらはノイズ抑制の取り組みであったが、今回、信号を大きくする SNR 向上手法を検討した。探針の内外電極間のバイアス電圧を上げることで、探針に流れる定常イオン電流は増加し、これに伴い、探針が表面に近接した際に生じる動的なイオン電流変化も大きくなる。しかしこの際、バイアス依存的な低周波ノイズ (Fig. 1a) が生じ、低周波領域での SNR が改善されないことが課題であった。そこで、本研究では、高誘電体であるホルムアミドを用いてナノピペットのノイズを低減した先行研究 [1] の手法が SICM 計測で有効であるかどうかを検討した。

先行研究ではナノピペット内外をホルムアミドと電解液の混合溶液 (以下、ホルムアミド溶液) で満たすことでノイズ低減を達成していたが、ホルムアミドは細胞毒性があるため、ピペット外へのバス溶液として用いることはできない。そこで、バス溶液として生理塩濃度である 150 mM、一方、ナノピペット内には、体積分率 20% の同塩濃度のホルムアミド溶液を充填する変更を行った。ナノピペット孔径は典型的には 100 nm 程度がよく用いられ、この条件であれば、ピペット外部に流出するホルムアミドによる細胞毒性はかなりの程度抑えられると期待した。上記の変更を行ったナノピペットにおいてバイアス依存的な低周波ノイズの振る舞いを調べた。この結果、ナノピペット内部にのみホルムアミド溶液を用いた場合でもバイアスによる低周波ノイズの増大が抑制できることが確認され、バイアスと直流電流の積と出力電力ノイズの関係において、高バイアスにおいてホルムアミド溶液を用いた方が低ノイズを実現した (Fig. 1b,c)。実際は、バイアス電圧を更に増加させるとナノピペット先端に生じる強い流れによって SICM 計測が困難になる。講演では、バイアス電圧による SICM イメージの変化から、SICM の時間分解能の向上に対する適切なバイアス電圧値を議論する予定である。

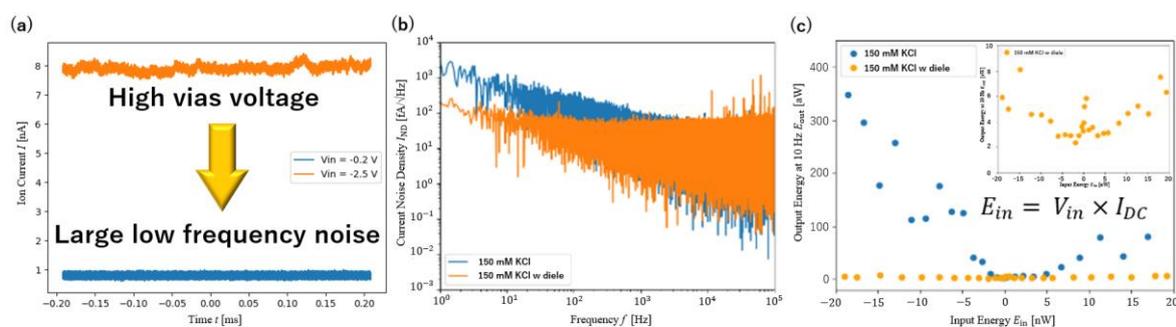


Figure 1:(a) Time courses of ion current for -0.2 and -2.5 V. (b) Noise spectral density with and without high dielectric at a bias of 1.2 V. (c) Noise energy at 10 Hz as a function of input energy of nanopipette.

参考文献

[1]Su, Shihao, et al. *Nanoscale*, 12.16: 8975-8981. (2020)

容量補償用ピペットを有する走査型イオン伝導顕微鏡における
バイアス変調モードでの応答特性の改善

Improvement response characteristics of bias modulation mode scanning ion conductance
microscopy with capacitance compensation pipette

静岡大院工¹, 浜松医科大学², 東京医科歯科大学³

○猪股 仁志¹, 中澤 謙太¹, 永田 年², 河崎 秀陽², 星 治³, 岩田 太¹

Shizuoka Univ.¹, Hamamatsu Univ. School of Medicine², Tokyo Medical and Dental Univ.³,

○Inomata Hitoshi¹, Kenta Nakazawa¹, Nagata toshi²,

Hideya Kawasaki², Hoshi Osamu³, Futoshi Iwata¹

E-mail: iwata.futoshi@shizuoka.ac.jp

近年、生体細胞や組織といった生体試料を顕微観察するバイオイメージング技術は、生物学、医学、薬学などの多くの分野で求められている。こうした生体試料のナノスケールでの観察手法として走査型イオン伝導顕微鏡 (Scanning Ion Conductance Microscope: SICM)¹⁾がある。SICMは先鋭化したキャピラリーガラス管であるナノピペットをプローブとして使用する。ナノピペットが試料に接近した際の先端開口に流れるイオン電流の変化を検出することで表面形状を観察する。非接触・低侵襲で試料表面を観察できることから、細胞や組織など生体試料の観察に適している。

一般的な SICM は直流電圧を使用して試料の観察を行うが微弱な信号のため低ノイズでのイオン電流検出は容易ではない。また、試料が帯電している場合では観察が困難となることが知られている²⁾。これに対して、SN比が高く、帯電の影響を受けにくい測定手法として交流電圧を用いて走査を行うバイアス変調 SICM (Bias Modulated SICM: BM-SICM)³⁾がある。バイアス変調により、電気浸透効果や溶液電解質組成の摂動が最小限に抑えられるなど有利な点がある。しかし、BM-SICM の観察においてピペットの持つ浮遊容量により、高周波の電流ほど容量性電流が支配的になるため、試料表面に近接した際の抵抗の変化による電流変化の感度が低下してしまう。

そこで、本研究ではナノピペットを二つ使用することで浮遊容量成分を相殺する手法を開発した。図1にナノピペットの電極間の等価回路を示す。図2に BM-SICM の模式図を示す。本手法により検出信号の帯域が向上した。本研究で開発した BM-SICM によるイメージングを行い、本手法の有用性を検証した。

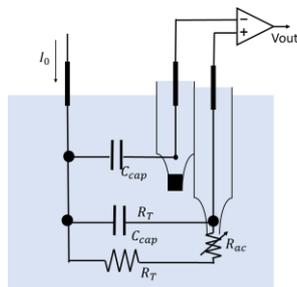


Fig. 1 Equivalent circuit

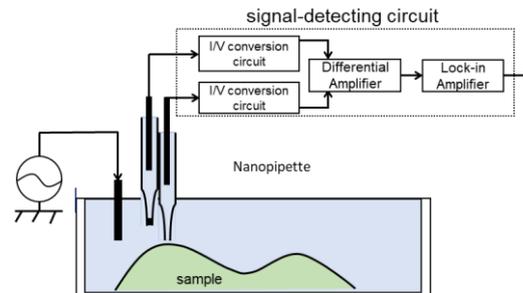


Fig.2 Schematic of the proposed BM-SICM

- 1) P. K. Hansma, B. Drake, O. Marti, S. A. C. Gould and C. B. Prarter, Science 243, (1989) 641
- 2) T. Ushiki, K. Ishizaki, Y. Mizutani, M. Nakajima, and F. Iwata, Chromosome Res. 29 (2021) 95
- 3) K. Mckelvey, D. Perry, J. C. Byers, A. W. Colburn, P. R. Unwin, Anal. Chem., vol. 86, no. 7, (2014) 3639

スキャナのフィードフォワードパラメタ調整の自動化の検討

Considering an Automated Method to Adjust Feedforward Controller Parameters in Scanning System

金沢大・院数物¹, 金沢大・WPI-NanoLSI²

○(M2)宮下 和己¹, 渡邊 信嗣²

Grad. Sch. Math. & Phys., Kanazawa Univ.¹, WPI-NanoLSI, Kanazawa Univ.²,

°Kazuki Miyashita¹, Shinji Watanabe²

E-mail: miya2534@stu.kanazawa-u.ac.jp

細胞や組織といった凹凸の大きい生物試料の観察を対象とする走査型プローブ顕微鏡の計測では、大きな凹凸形状を可視化するだけでなく、凹凸の小さい平面的な局所領域を高い時間分解能で観察したいという場合がよくある。このような場合では、Z方向に可動範囲は大きいですが応答が遅いスキャナと可動範囲が小さいが応答が速いスキャナを組み合わせることで要求を満たす方法が提案されている [1]。この手法では、用いたスキャナ間に生じるクロストークをフィードフォワード(FF)制御により補正することで、スキャナを組み合わせさせた相乗効果が発揮できるが、用いたスキャナの特性に依存する試行錯誤的なFF制御のパラメタ調整に手間がかかるという課題が指摘されていた[2]。さらにクロストークが複雑な場合、こういった試行錯誤的な補正が実質的に不可能になる。

この問題を解決するために本研究では、上記の試行錯誤的なパラメタ調整を自動化する検討を行った。開発した手法は、スキャナの伝達関数推定(システム同定)と低域通過型逆システム構成法[3]からFFパラメタの半自動的調整アルゴリズムを作成し、スキャナの振動の抑制を達成するものである。本手法の有効性を図(Fig.1a,blue)に示す伝達関数をもつスキャナにおいて確認した。図(Fig.1a,blue)のような伝達関数から逆関数を試行錯誤的に得るのは困難であるが、本研究で作成したアルゴリズムを用いることで図(Fig.1a,dotted line)に示す逆システムが自動的に得られる。この逆システムは、14次の伝達関数に近似するシステム同定を行い、これから低域通過型逆システム構成法で得られる伝達関数をFPGA上にデジタルフィルタとして実装したものである。なお、実装にあたって適切なカットオフの2次のローパスフィルタを用いた。作成した逆システムとスキャナのオープンループゲインを図(Fig.1a,red)に示す。50, 150, 300 Hz付近に見られた補正前のスキャナの共振ピークが補正後には目立って減衰していることが確認できた。また、ステップ応答は、逆システムによる補正前(Fig.1b,blue)と補正後(Fig.1b,red)で波形整定時間が約90%減少し、パラメタを自動設定したFF制御が有効に働いていることが示された。講演では走査型イオン伝導顕微鏡によるイメージングより本手法の有効性とその適用限界の考察を行う予定である。

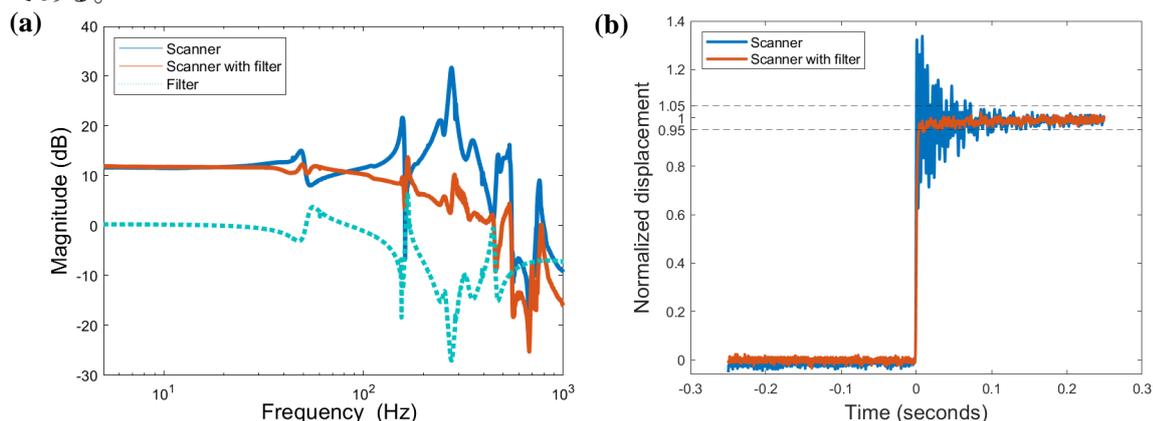


Figure 1. Scanner's frequency response; (blue) original system, (dotted line) inverse system, and (red) w/ filter. (b) Step responses (blue) before and (red) after FF controls.

References

- [1] A. P. Nievergelt et al., Scientific Reports. 5, 11987 (2015)
- [2] C.Kammer et al. IFAC PapersOnline 50-1,10437-10442 (2017)
- [3] K.Yamada, 電気学会論文誌 C,120, 1711-1719 (2000)

3次元走査型力顕微鏡の高速化に資する取得データ処理手法の検討

Data Processing Method for High-Speed Three-dimensional Scanning Force Microscopy

金沢大¹, さきがけ/JST² ◦東 諒柗¹, 熊谷 陽一¹, 岡本 雅美¹, 福間 剛士¹, 宮田 一輝^{1,2}

Kanazawa Univ.¹, PRESTO/JST², ◦Ryoshu Higashi¹, Yoichi Kumagai¹, Masayoshi Okamoto¹,

Takeshi Fukuma¹, Kazuki Miyata^{1,2}

E-mail: ryoshu20010919@stu.kanazawa-u.ac.jp

近年の周波数変調原子間力顕微鏡 (FM-AFM) や3次元走査型力顕微鏡 (3D-SFM) の技術革新により、秒スケールでの2次元・3次元サブナノ分解能計測が達成され、固液界面における原子レベルの動的な構造変化を捉えることが可能となりつつある。しかし、FM-AFM・3D-SFM コントローラのデータ収録の律速により、それ以上での速度の計測が困難であったことから、開発したシステムの計測帯域や SN 性能で達成可能な原子分解能観察の計測速度については十分な検証が行われていない。この問題を解決するため、最近我々は高速データ収録システムを備えた FM-AFM コントローラの開発に取り組み、20 fps での2次元液中原子分解能観察を達成した。その一方で、本収録システムの3D-SFM への対応は行われておらず、3次元計測の速度限界については未解明のまま残されている。

本研究ではさらなる3次元サブナノスケール観察の高速化を目指し、これまでに開発した高速 FM-AFM コントローラの取得データ処理手法を3D-SFM コントローラへ実装するための最適なアルゴリズムの検討と実装を行った。高速 FM-AFM においては、従来は FPGA 内で生成された情報をライン毎に逐次ホスト PC に転送していたが、計測速度の向上に伴い転送毎に生じるオーバーヘッドが無視できない大きさとなっていた。そこで、高速観察時のみ、2次元フレーム毎の転送方式に変更したところ、オーバーヘッドが著しく減少し20 fps での観察が可能となった。これを参考に、本研究では従来 XZ スライス毎に逐次転送していた情報を、3次元ボリューム毎に転送する方法に切り替えた (図 1a)。これにより、1 ボリューム/秒 (vps) での3次元サブナノスケール観察が可能であることを確認した (図 1b, c)。今後はこのデータ取得手法を用いてさらに高速に計測を行い、3次元観察の速度限界について検証する。

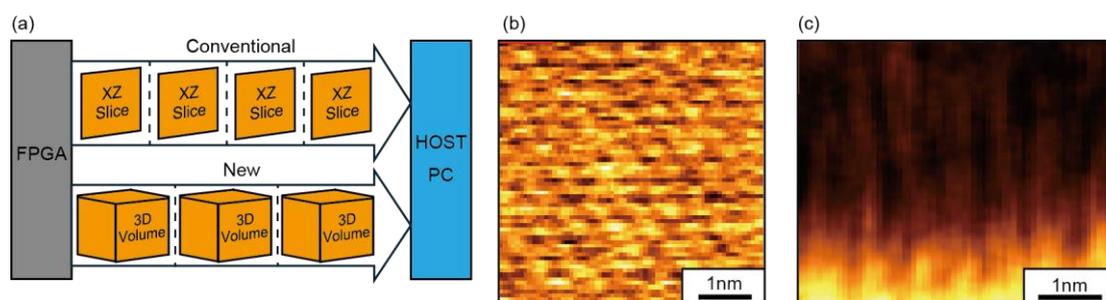


Fig. 1: (a) Design of developed 3D-SFM data processing system. (b) (c) High-speed 3D-AFM image of a cleaved mica surface obtained in PBS solution at 1 vps. (b) XY and (c) XZ cross sections.